

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
る事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 3 月 1 4 日
Date of Application:

願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 6 9 6 4 1
Application Number:
[T. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 6 9 6 4 1]

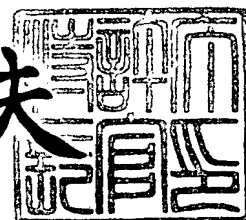
願 人 株式会社日本触媒
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 4 年 3 月 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 5 9 6 4

【書類名】 特許願

【整理番号】 K9231

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D 5/00

【発明の名称】 加熱乾燥用塗料組成物

【請求項の数】 2

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社日本触媒内

【氏名】 森広 重保

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社日本触媒内

【氏名】 宮脇 幸弘

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社日本触媒内

【氏名】 永石 大

【特許出願人】

【識別番号】 000004628

【氏名又は名称】 株式会社日本触媒

【代理人】

【識別番号】 100086586

【弁理士】

【氏名又は名称】 安富 康男

【選任した代理人】

【識別番号】 100112025

【弁理士】

【氏名又は名称】 玉井 敬憲

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 033891

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0004002

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 加熱乾燥用塗料組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス転移温度が50℃以下のエマルションと、平均粒径が15 μ m以下の有機微粒子とを必須としてなることを特徴とする加熱乾燥用塗料組成物。

【請求項2】 前記有機微粒子は、示差走査熱量測定による融解温度が65℃以上であることを特徴とする請求項1記載の加熱乾燥用塗料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、加熱乾燥用塗料組成物に関する。詳しくは、エマルションを含有する厚膜塗料組成物として好適な加熱乾燥用塗料組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

加熱乾燥用塗料組成物は、各種の機能を発揮する塗膜を基材上に形成するために工業的に広く用いられている材料であるが、中でも、エマルションを含有し、厚膜を形成することができるものは、建材等の外装用や振動を吸収するコーティング剤等として有用である。ところが、エマルションを含有する加熱乾燥用塗料組成物による塗膜を加熱乾燥する場合、特に厚膜を形成する場合に、塗膜表面にフクレが発生しやすいことから、これを防止して加熱乾燥性を向上させるための工夫の余地があった。

【0003】

従来の加熱乾燥用塗料組成物としては、アクリル系重合体の水性分散液に関し、水性分散液と無機質充填剤からなる耐チップング性水性被覆用組成物が開示されている（例えば、特許文献1参照。）。しかしながら、このような水性被覆用組成物は、塗膜を加熱乾燥する際のフクレを防止することにより加熱乾燥性が向上されたものではなく、例えば、無機質充填剤は、水性被覆用組成物における増量

剤等として配合されるものであることから、加熱乾燥性が優れたものとなるようにするための工夫の余地があった。

【0 0 0 4】

【特許文献 1】

特許第 2 9 0 4 9 9 5 号明細書（第 1 - 3 頁）

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記現状に鑑みてなされたものであり、優れた加熱乾燥性を発揮することができるため厚膜を形成する材料として好適な加熱乾燥用塗料組成物を提供することを目的とするものである。

【0 0 0 6】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、加熱乾燥用塗料組成物について種々検討した結果、水系のエマルションが作業性等の点において優れていることにまず着目し、このようなエマルションとして加熱乾燥において造膜しやすいようにガラス転移温度が低く特定されたものを用いるとともに、平均粒径が小さく特定された有機微粒子を組み合わせることにより、フクレの発生を抑制して加熱乾燥性が優れたものとなり、これに起因して厚膜を形成する材料として好適なものとなることを見いだし、上記課題をみごとに解決することができることに想到した。また、有機微粒子について、加熱乾燥においてエマルションと融着して造膜に寄与しないように示差走査熱量測定による融解温度を高く特定すると、このような作用効果をより充分に発揮することができることを見いだし、本発明に到達したものである。通常では、エマルションを加熱乾燥して厚膜を形成する際に、表面乾燥した後に未乾燥塗膜中の水分が蒸発するために、フクレが生じることになるが、本発明においては、塗膜中に上記有機微粒子が存在し、これによりエマルションが造膜する際に塗膜中の水分が抜けやすくなり、フクレの発生が防止されて加熱乾燥性が向上するものと考えられる。

【0 0 0 7】

すなわち本発明は、ガラス転移温度が 5 0 ℃ 以下のエマルションと、平均粒径が

1 5 μ m以下の有機微粒子とを必須としてなる加熱乾燥用塗料組成物である。

以下に、本発明を詳述する。

【0 0 0 8】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物は、ガラス転移温度（T_g）が5 0℃以下のエマルションにより造膜して塗膜を形成し、平均粒径が1 5 μ m以下の有機微粒子により加熱乾燥性が向上されたものである。なお、「加熱乾燥用」とは、加熱乾燥により塗膜を形成させる場合に好適に用いられるものであることを意味する。

本発明における有機微粒子の好ましい形態は、加熱乾燥用塗料組成物を加熱乾燥させる際に融解したり分解したりしない硬度を有し、上記エマルションや加熱乾燥用塗料組成物に含まれる溶媒とは非相溶な高硬度有機微粒子である。このような有機微粒子により、塗膜の形成時に加熱乾燥性が向上するとともに、形成された塗膜中に有機微粒子が存在することから塗膜の剛性等の基本性能も向上することになる。また、このような有機微粒子は、塗膜の耐水性を阻害しにくいものであり、これにより本発明の加熱乾燥用塗料組成物から形成される塗膜は耐水性にも優れることになる。

このようなエマルション及び有機微粒子は、それぞれ1種又は2種以上を用いることができる。

【0 0 0 9】

上記エマルションのT_gが5 0℃を超えると、加熱乾燥用塗料組成物の成膜性や加熱乾燥性が不十分となる。T_gは、好ましくは- 5 0℃以上であり、また、4 0℃以下である。より好ましくは、- 1 0℃以上であり、また、2 0℃以下である。なおエマルションのT_gは、エマルションを形成する各単量体の単独重合体のT_gにより計算することができる。

【0 0 1 0】

上記エマルションは、水を連続相とし、単量体成分を重合してなる重合体が分散している水系のものである。通常ではこのようなエマルションと、必要に応じて他の添加剤や溶剤等とにより加熱乾燥用塗料組成物が構成されることになる。

【0 0 1 1】

本発明におけるエマルションを形成することになる単量体成分としては、エマル

ションのガラス転移温度が50℃以下となるように適宜設定すればよいが、不飽和カルボン酸単量体を必須とすることが好ましい。不飽和カルボン酸単量体としては、分子中に不飽和結合とカルボキシル基とを有する化合物であればよいが、エチレン系不飽和カルボン酸単量体を含むことが好ましい。エチレン系不飽和カルボン酸単量体を必須とする単量体成分を重合してなるエマルションを含んでなる加熱乾燥用塗料組成物は、本発明の好ましい形態の1つである。

【0012】

上記エチレン系不飽和カルボン酸単量体としては、(メタ)アクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、フマル酸、マレイン酸、モノメチルフマレート、モノエチルフマレート、モノメチルマイエート、モノエチルマイエート等の不飽和カルボン酸類又はその誘導体等の1種又は2種以上が好適である。

【0013】

また上記単量体成分としては、アクリル系単量体を必須として含んでなることが好ましい。アクリル系単量体とは、(メタ)アクリル酸や(メタ)アクリル酸エステル等の(メタ)アクリル酸誘導体を意味する。

上記単量体成分におけるアクリル系単量体の含有量としては、全単量体成分に対して50質量%以上となるようにすることが好ましい。このような単量体成分としては、建材用の外装材として用いる場合には、乾燥フクレの点から、共役ジエン系単量体の含有量が全単量体成分に対して10質量%以下であることが好ましい。より好ましくは、5質量%以下であり、最も好ましくは、共役ジエン系単量体を含有しないことである。

【0014】

更に上記単量体成分としては、全単量体成分に対して官能基を有する不飽和単量体を10質量%未満含有するものであることが好ましい。官能基を有する不飽和単量体における官能基は、エマルションを重合により得る際に架橋することができる官能基であればよい。このような官能基の作用により、エマルションの成膜性や加熱乾燥性を向上することができることになる。より好ましくは、0.1～3.0質量%である。

なお上記質量割合は、全単量体成分100質量%に対する質量割合である。

【0015】

上記官能基としては、エポキシ基、オキサゾリン基、カルボジイミド基、アジリジニル基、イソシアネート基、メチロール基、ビニルエーテル基、シクロカーボネート基、アルコキシシラン基が好適である。これらの官能基は、不飽和単量体の1分子中に1種あってもよく、2種以上あってもよい。

【0016】

上記官能基を有する不飽和単量体としては、例えば、ジビニルベンゼン、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、N-メトキシメチル（メタ）アクリルアミド、N-メトキシエチル（メタ）アクリルアミド、N-n-ブトキシメチル（メタ）アクリルアミド、N-i-ブトキシメチル（メタ）アクリルアミド、N-メチロール（メタ）アクリルアミド、ジアリルフタレート、ジアリルテレフタレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラメチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリテトラメチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサンジオールジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート等の多官能性不飽和単量体類；グリシジル（メタ）アクリレート、アクリルグリシジルエーテル等のグリシジル基含有不飽和単量体類等が挙げられる。これらの中でも、官能基を2個以上有する不飽和単量体（多官能性不飽和単量体）を用いることが好ましい。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0017】

本発明においてはまた、上記単量体成分が、エチレン系不飽和カルボン酸単量体0.1～20質量%及び他の共重合可能なエチレン系不飽和単量体99.9～80質量%を含んでなることが好ましい。エチレン系不飽和カルボン酸単量体を含むことにより、このようなエマルションを必須とする加熱乾燥用塗料組成物において、有機微粒子の分散性が向上し、本発明の作用効果をより充分に発揮することができることになる。また、その他の共重合可能なエチレン系不飽和単量体を含むことにより、エマルションの酸価、T_gや物性等を調整しやすくなる。上記単量体成分において、エチレン系不飽和カルボン酸単量体が0.1質量%未満で

あっても、20質量%を超えても、いずれも、エマルションが安定に共重合できないおそれがある。

なお上記質量割合は、全単量体成分100質量%に対する質量割合である。

【0018】

上記他の共重合可能なエチレン系不飽和単量体としては、上述した官能基を有する不飽和単量体や、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート等の（メタ）アクリル酸エステル類；スチレン等の芳香族不飽和単量体等の1種又は2種以上が好適である。

【0019】

上記単量体成分を重合する方法としては、例えば、乳化重合法を好適に適用することができる。乳化重合を行う形態としては、水性媒体中に単量体成分、重合開始剤及び界面活性剤を適宜加えて重合することにより行うことができる。また、分子量調節のために重合連鎖移動剤等を用いてもよい。

【0020】

上記水性媒体としては、水、水と混じり合うことができる溶媒の1種又は2種以上の混合溶媒、このような溶媒に水が主成分となるように混合した混合溶媒が好適である。これらの中でも、水を用いることが好ましい。

【0021】

上記重合開始剤としては、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、過酸化水素、ブチルヒドロパーオキサイド等の公知の水溶性又は油溶性開始剤が好適である。また、乳化重合を促進させるため、還元剤として亜硫酸水素ナトリウム、L-アスコルビン酸等を用いてレドックス系開始剤としてもよい。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0022】

上記重合開始剤の使用量としては、重合開始剤の種類等に応じて適宜設定すればよいが、全単量体成分100重量部に対して、0.1～2重量部とすることが好ましい。より好ましくは、0.2～1重量部である。

【0023】

上記界面活性剤としては、アニオン性乳化剤、ノニオン性乳化剤、ノニオンアニオン性乳化剤のいずれの乳化剤も使用することができる。これらの乳化剤の中でも、乳化重合安定性の点でノニオン性乳化剤、ノニオンアニオン性乳化剤を用いることが好ましく、ノニオン性乳化剤とノニオンアニオン性乳化剤とを併用するのがより好ましい。アニオン性乳化剤としては、例えば、脂肪酸石鹸、ロジン酸石鹸、アルキルスルホン酸石鹸、ジアルキルアリールスルホン酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩等が挙げられる。ノニオン性乳化剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、オキシエチレンオキシプロピレンブロックコポリマー等が挙げられる。これらの界面活性剤は単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0024】

上記界面活性剤の使用量としては、乳化剤の種類等に応じて適宜設定すればよいが、全単量体成分100重量部に対して、0.05～5.0重量部とすることが好ましい。より好ましくは、0.1～3重量部である。

【0025】

上記重合連鎖移動剤としては、ヘキシルメルカプタン、オクチルメルカプタン、*n*-ドデシルメルカプタン、*t*-ドデシルメルカプタン、*n*-ヘキサデシルメルカプタン、*n*-テトラデシルメルカプタン等のアルキルメルカプタン類；四塩化炭素、四臭化炭素、臭化エチレン等のハロゲン化炭化水素；メルカプト酢酸2-エチルヘキシルエステル、メルカプトプロピオン酸2-エチルヘキシルエステル、メルカプトピロピオン酸トリデシルエステル等のメルカプトカルボン酸アルキルエステル；メルカプト酢酸メトキシブチルエステル、メルカプトプロピオン酸メトキシブチルエステル等のメルカプトカルボン酸アルコキシアリルエステル；オクタン酸2-メルカプトエチルエステル等のカルボン酸メルカプトアルキルエステルや、 α -メチルスチレンダイマー、ターピノーレン、 α -テルピネン、 γ -テルピネン、ジペンテン、アニソール、アリルアルコール等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、ヘキシルメルカプタン、オクチルメルカプタン、*n*-ドデシルメルカプタン、*t*-

ドデシルメルカプタン、*n*-ヘキサデシルメルカプタン、*n*-テトラデシルメルカプタン等のアルキルメルカプタン類を用いることが好ましい。重合連鎖移動剤の使用量としては、全単量体成分 100 重量部に対して、通常 0～1 重量部であり、好ましくは 0～0.5 重量部である。

【0026】

上記乳化重合においては、必要に応じて、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム等のキレート剤、ポリアクリル酸ナトリウム等の分散剤や無機塩等の存在下で行ってもよい。また、単量体成分や重合開始剤等の添加方法としては、例えば、一括添加法、連続添加法、多段添加法等の方法を適用することができる。また、これらの添加方法を適宜組み合わせてもよい。

【0027】

上記乳化重合における反応条件としては、単量体成分の組成や用いる重合開始剤等に応じて適宜設定すればよい。重合温度は、5～90℃とすることが好ましい。より好ましくは、20～85℃である。重合時間は、3～8時間とすることが好ましい。また、重合や滴下は攪拌下に行われることが好ましい。

【0028】

上記製造方法においては、乳化重合によりエマルションを製造した後、中和剤によりエマルションを中和することが好ましい。これにより、エマルションが安定化されることになる。中和剤としては、トリエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン、モルホリン等の三級アミン；アンモニア水；水酸化ナトリウムが好適である。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、加熱乾燥用塗料組成物から形成される塗膜の熱乾燥時のフクレ特性が向上することから、塗膜の加熱時に揮散する揮発性塩基を用いることが好ましい。より好ましくは、加熱乾燥性が良好となり、乾燥フクレ特性が向上することから、沸点が 80～360℃のアミンを用いることが好ましい。このような中和剤としては、トリエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン、モルホリン等の三級アミンが好適である。より好ましくは、沸点が 130～170℃のアミンを用いることである。

なお、上記沸点は、常圧での沸点である。

【0029】

上記中和剤の添加量としては、エマルションの酸価、すなわちエマルションが有する酸基1当量に対して中和剤の塩基が0.6～1.4当量となるように添加することが好ましい。より好ましくは、0.8～1.2当量である。

【0030】

上記エマルションはまた、トルエン溶媒で測定したゲル分率が0～45質量%であることが好ましい。本発明におけるゲル分率とは、エマルションから形成される塗膜のトルエン溶媒への溶解性を示す指標であり、ゲル分率が高い程トルエン溶媒への溶解性が少なくなることを意味する。ゲル分率は、樹脂の分子構造を反映するものであり、エマルションのゲル分率が45質量%を超えると、造膜性が低下するおそれがある。

【0031】

上記ゲル分率の測定方法としては、例えば、以下に記載するようなトルエン不溶分測定方法により測定することが好ましい。

ゲル分率（トルエン不溶分）の測定方法

エマルションを離型紙上、0.2cm厚みの型枠中に流し込み、厚さ0.2cmのフィルムを作製する。このフィルムを2cm（縦）×2cm（横）×0.2cmに切りだし試験フィルムとする。この試験フィルムをトルエン100mlに浸漬し、室温において、マグネチックスターラーで6時間攪拌する。その後、100メッシュ金網で濾過し、濾液の固形分を求め、ゲル分を算出する。

【0032】

上記エマルションは、例えば、以下に記載するように制振材配合物を調製したときに、制振材配合物の損失係数（ $\tan \delta$ ）が0.15以上であることが好ましい。すなわち、本発明におけるエマルションを用いて以下に記載するように制振材配合物を調製し、この制振材配合物から形成される塗膜の損失係数（ $\tan \delta$ ）が0.15以上となることが好ましい。制振性は、現在使われている2mm厚のアスファルトシートを施した鋼板の損失係数が0.1程度であり、その数値以上の値が一般的に要求されている。制振性すなわち損失係数は用いる塗膜の $\tan \delta$ に相関し、 $\tan \delta$ が高い程損失係数が高く制振性に優れていると考えられ

る。

上記損失係数 ($\tan \delta$) が 0.15 未満であると、水系制振材において優れた制振性を発揮することができなくなるおそれがある。より好ましくは、0.16 以上であり、更に好ましくは、0.18 以上である。

【0033】

制振材配合物の組成

エマルジョン 100 重量部

炭酸カルシウム：NN#200（商品名、日東粉化工業社製） 250 重量部

分散剤：デモールEP（商品名、花王社製） 1 重量部

増粘剤：アクリセツトAT-2（商品名、日本触媒社製） 2 重量部

消泡剤：ノプコ8034L（商品名、サンノプコ社製） 0.3 重量部

【0034】

損失係数 ($\tan \delta$) の測定方法

上記制振材配合物をカチオン電着塗装鋼板（15 幅×250 長さ×厚み 0.8 mm）上、3 mm 厚の型枠中に流し込み、150℃×30 分乾燥し、試験片とする。この試験片について小野測器社製の損失係数測定システム・片持ち梁法を用いて 25℃の測定環境の損失係数を測定する。

【0035】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物の必須成分である有機微粒子は、平均粒径が 15 μm 以下である。15 μm を超えると、加熱乾燥用塗料組成物を乾燥させる際、フクレの発生を抑制する効果が不十分となる。平均粒径は、好ましくは、0.01 μm 以上であり、また、13 μm 以下である。より好ましくは、0.05 μm 以上であり、また、12 μm 以下である。更に好ましくは、0.1 μm 以上であり、また、10 μm 以下である。

【0036】

上記有機微粒子としては、ガラス転移温度が 50℃を超える高硬度エマルジョンや架橋体が好適である。ガラス転移温度が 50℃を超える高硬度エマルジョンとしては、（メタ）アクリル酸系エマルジョン等が挙げられ、架橋体としては、ポリ（メタ）アクリル酸メチル系架橋体等が挙げられる。これらの中でも、加熱乾

燥用塗料組成物を加熱乾燥させる際に融解したり分解したりしない硬度を有し、上記エマルジョンや加熱乾燥用塗料組成物に含まれる溶媒とは非相溶な高硬度ミクロゲルを用いることが好ましい。

【0037】

上記有機微粒子の好ましい形態としてはまた、示差走査熱量測定（DSC: differential scanning calorimetry）による融解温度が65℃以上であるものが挙げられる。60℃未満であると、加熱乾燥用塗料組成物を加熱乾燥時に有機微粒子が融解してしまうおそれがあるため、フクレの発生を抑制する効果が充分とはならないおそれがある。より好ましくは、70℃以上であり、また、120℃以下である。更に好ましくは、80℃以上であり、また、110℃以下である。なお、DSCの測定は、以下の測定条件により行うことが好ましい。

【0038】

示差走査熱量測定の測定条件

装置: DSC 6200 (商品名、セイコー電子工業社製)

測定温度: -100～110℃を20℃/分の速度で昇温して、融解温度を測定する。

【0039】

上記有機微粒子のガラス転移温度（ T_g ）は60℃以上であることが好ましい。 T_g としては、より好ましくは、65℃以上であり、また、90℃以下である。更に好ましくは、 T_g が70℃以上であり、また、80℃以下である。このような有機微粒子としては、（メタ）アクリル系エマルジョンが好適である。

【0040】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物は、上述したガラス転移温度が50℃以下のエマルジョン及び平均粒径が15 μm 以下の有機微粒子と、必要に応じて添加剤や溶剤等とを混合することにより製造することができる。

本発明の加熱乾燥用塗料組成物におけるガラス転移温度が50℃以下のエマルジョンの配合量としては、加熱乾燥用塗料組成物の用途や所望する物性等により適宜設定すればよいが、加熱乾燥用塗料組成物100質量%中、ガラス転移温度が

50℃以下のエマルションの固形分が7質量%以上となるようにすることが好ましく、また、50質量%以下となるようにすることが好ましい。より好ましくは、13質量%以上であり、また、30質量%以下である。また、有機微粒子の配合量としては、上記ガラス転移温度が50℃以下のエマルションの固形分100質量%に対して、有機微粒子の固形分を1.0質量%以上とすることが好ましく、また、20質量%以下とすることが好ましい。1.0質量%未満であると、加熱乾燥性を充分に向上することができなくなるおそれがあり、また、加熱乾燥用塗料組成物から形成される塗膜の耐水性や剛性を充分に向上することができなくなるおそれがある。20質量%を超えると、造膜性が低下するおそれがある。より好ましくは、2.0質量%以上であり、また、10質量%以下である。

【0041】

上記添加剤としては、例えば、充填剤、着色剤、防腐剤、分散剤、増粘剤、揺変剤、凍結防止剤、pH調整剤、消泡剤、湿潤剤、防錆剤、密着付与剤等が挙げられる。これらはそれぞれ単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、充填剤を含むことが好ましい。

【0042】

上記充填剤としては、炭酸カルシウム、カオリン、シリカ、タルク、硫酸バリウム、アルミナ、酸化鉄、酸化チタン、ガラストーク等の無機質の充填剤；ガラスフレーク、マイカ等の鱗片状無機質充填剤；金属酸化物ウイスキー、ガラス繊維等の繊維状無機質充填剤等が挙げられる。

充填剤の配合量としては、ガラス転移温度が50℃以下のエマルションの固形分100重量部に対して、50～400重量部とすることが好ましい。より好ましくは、100～350重量部である。

【0043】

上記溶剤としては、本発明の作用効果を奏する限り特に限定されず、1種又は2種以上を用いることができる。また、溶剤の配合量としては、加熱乾燥用塗料組成物の用途や所望する物性等に応じて適宜設定すればよい。

【0044】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物の製造に用いる装置としては、バタフライミキサ

一、プラネタリーミキサー、スパイラルミキサー、ニーダー、ディゾルバーが好適である。

【0045】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物は、優れた加熱乾燥性を発揮することができるため、厚膜を形成する材料として好適である。

本発明の加熱乾燥用塗料組成物から形成される塗膜の乾燥時の膜厚としては、用途により適宜設定すればよいが、0.5mm以上となるようにすることが好ましく、また、8.0mm以下となるようにすることが好ましい。より好ましくは、1.5mm以上であり、また、6.0mm以下である。

このような塗膜を形成するためには、加熱乾燥用塗料組成物の粘度としては、100Pa・s以上となるようにすることが好ましく、また、500Pa・sと以下なるとすることが好ましい。より好ましくは、120Pa・s以上であり、また、250Pa・s以下である。また、加熱乾燥用塗料組成物を基材に塗布して乾燥するに際し、塗布方法としては、刷毛、へら、エアスプレー、エアレススプレー、モルタルガン、リシガン等を用いて塗布することができるが、エアスプレー等を用いて塗布することが好適である。

【0046】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物を塗布した後、乾燥して塗膜を形成させる条件としては、加熱乾燥してもよく、常温乾燥してもよいが、効率性の点で加熱乾燥することが好ましく、本発明では加熱乾燥性に優れることから好適である。例えば、建材等の外装用として用いる場合であれば、70～210℃とすること好ましく、より好ましくは、110～180℃である。また、制振材を形成する際であれば、120～170℃とすること好ましく、より好ましくは、130～160℃である。

本発明の加熱乾燥用塗料組成物は、加熱乾燥性に優れることから、建材等の外装用材料、振動を吸収するコーティング材等として好適である。

【0047】

【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例

のみに限定されるものではない。なお、特に断りのない限り、「部」は、「重量部」を、「%」は、「質量%」を意味するものとする。

【0048】

合成例 1 (ベースアクリルエマルションの重合例)

攪拌機、還流冷却管、温度計、窒素導入管及び滴下ロートを取り付けたセパラブルフラスコに脱イオン水 170.5 部を仕込んだ。その後、窒素ガス気流下で攪拌しながら内温を 70℃まで昇温した。一方上記滴下ロートにメチルメタクリレート 126.9 部、スチレン 253.9 部、2-エチルヘキシルアクリレート 147.3 部、グリシジルメタクリレート 5.4 部、アクリル酸 5.4 部、予め 20%水溶液に調整したハイテノール N-08 (商品名、ポリオキシエチレンアルキルエーテルの硫酸エステル塩、第一工業製薬社製) 53.8 部、25%水溶液に調整したノニポール 200 (商品名、ポリオキシエチレンフェニルエーテル、三洋化成工業社製) 21.5 部及び脱イオン水 129.3 部からなる単量体乳化物を仕込んだ。次に、セパラブルフラスコの内温を 70℃に維持しながら上記単量体乳化物を 3 時間かけて均一に滴下した。このとき同時に 5%過硫酸カリウム水溶液 53.9 部、2%亜硫酸水素ナトリウム水溶液 40 部を 3 時間かけて均一に滴下した。滴下終了後、76℃で 3 時間熱成後、冷却して 25%のアンモニア水を 5.1 部添加した。これら乳化物を冷却後 100 メッシュのステンレス金網によりろ過を行い取り出した。これにより水性樹脂 (エマルション) を得た。得られた水性樹脂の不揮発分は 55.1%、pH は 8.8、粘度は 500 mPa・S であった。

【0049】

実施例 1

上記エマルション 100 部に球状有機微粒子エポスター MA1013 (商品名、ポリメタクリル酸メチル系架橋物、平均粒子径 12~15 μ m、日本触媒社製) を 5 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0050】

実施例 2

上記エマルション 100 部に球状有機微粒子エポスター MA1002 (商品名、

ポリメタクリル酸メチル系架橋物、平均粒子径 $2 \sim 3 \mu\text{m}$ 、日本触媒社製) を 5 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0051】

実施例 3

上記エマルション 100 部に球状有機微粒子エポスター MA1002 (商品名、ポリメタクリル酸メチル系架橋物：平均粒子径 $2 \sim 3 \mu\text{m}$ 、日本触媒社製) を 10 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0052】

実施例 4

上記エマルション 100 部に球状有機微粒子エポスター MA100W (商品名、ポリメタクリル酸メチル系架橋物、エマルションタイプ、濃度 10%、平均粒子径 $0.15 \sim 0.20 \mu\text{m}$ 、日本触媒社製) を 10 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0053】

実施例 5

上記エマルション 100 部に高硬度アクリルエマルション EMN-11E (商品名、アクリルエマルション、 $T_g = 83.6^\circ\text{C}$ 、濃度 42.6%、平均粒子径 $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 、日本触媒社製) を 5 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0054】

実施例 6

上記エマルション 100 部に高硬度アクリルエマルション EMN-11E (アクリルエマルション、 $T_g = 83.6^\circ\text{C}$ 、濃度 42.6%、平均粒子径 $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 、日本触媒社製) を 10 部添加して下記配合により塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0055】

比較例 1～3

配合を表 1 に示すようにしたこと以外は、実施例 1～6 と同様に塗料化してアクリル系樹脂エマルションを得た。

【0056】

実施例 1～6 及び比較例 1～3 において得られたアクリル系樹脂エマルションについて、下記の評価試験を行った。その結果は、表 1 にそれぞれ示すとおりであった。

実施例 1～6 及び比較例 1～3 で得られたアクリル系樹脂エマルションを下記のとおり配合し、水性塗料組成物として加熱乾燥性及び制振性を確認した。

- ・アクリル系樹脂エマルション 100 部
- ・炭酸カルシウム：NN#200（商品名、日東粉化工業社製） 250 部
- ・分散剤：デモール EP（商品名、花王社製） 1 部
- ・増粘剤：アクリセット AT-2（商品名、日本触媒社製） 2 部
- ・消泡剤：ノプロ 8034L（商品名、サンノプロ社製） 0.3 部

【0057】

（加熱乾燥性）

上記水性塗料組成物を S P C C - S D（ダル剛板：日本テストパネル製）の基材（70 mm 幅×150 mm 長さ×厚み 0.8 mm）上に乾燥膜厚が 1.5 mm、3.0 mm 又は 4.5 mm となるように塗布し、160℃で 30 分間乾燥させて塗膜を形成した。乾燥後の塗膜の表面を目視にて観察した。

評価基準

◎：全面にフクレのない膜、○：直径 2～3 mm のフクレが 4～5 個までの膜、△：直径 4～10 mm までのフクレが 5 個以上ある膜、×：全面にフクレがある膜。

【0058】

（損失係数）

上記水性塗料組成物を冷間圧延鋼板（S P C C・15 幅×250 長さ×厚み 0.8 mm）上、1.5 mm、3 mm 又は 4.5 mm 厚の型枠中に流し込み、150℃×25 分間を 2 回乾燥させ、冷間圧延鋼板上に 1.5 mm、3 mm 又は 4.5 mm の塗膜を形成した。制振性の測定は、小野測機社製・損失係数測定システムを用いて 25℃の測定環境において片持ち梁法の $\tan \delta$ を測定し、制振性を評価した。すなわち損失係数の値が大きい程、制振性が良いことを示す。

【0059】

【表1】

| 組成(部) | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 実施例5 | 実施例6 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 |
|----------------------|------|-------|------|------|------|------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| ベースエマルジョン | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 他の粒子(μm) | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 他の粒子(μm) | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| エポスターMA1023(12~15μm) | 5 | — | — | — | — | — | — | — | — |
| エポスターMA1002(2~3μm) | — | 5 | — | — | — | — | — | — | — |
| エポスターMA1002(2~3μm) | — | — | 10 | — | — | — | — | — | — |
| エポスターMA100W(Emタイプ) | — | — | — | 10 | — | — | — | — | — |
| アクリセツトEMN-11E(0.1μm) | — | — | — | — | 5 | — | — | — | — |
| アクリセツトEMN-11E(0.1μm) | — | — | — | — | — | 10 | — | — | — |
| 1.5mm | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ○ | ○ |
| 3.0mm | ○ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ |
| 4.5mm | ○ | ○ | ◎ | ○ | ○ | ◎ | × | × | × |
| 1.5mm | 0.17 | 0.2 | 0.21 | 0.23 | 0.21 | 0.21 | 0.05 | 0.08 | 0.1 |
| 3.0mm | 0.25 | 0.29 | 0.3 | 0.28 | 0.29 | 0.29 | フクレ発生 (測定不可) | フクレ発生 (測定不可) | フクレ発生 (測定不可) |
| 4.5mm | 0.45 | 0.144 | 0.45 | 0.43 | 0.45 | 0.45 | フクレ発生 (測定不可) | フクレ発生 (測定不可) | フクレ発生 (測定不可) |
| 評価結果 | | | | | | | | | |
| 組成(部) | | | | | | | | | |
| 高硬度ミクロゲル | | | | | | | | | |
| 加熱乾燥性 | | | | | | | | | |
| 損失係数 | | | | | | | | | |

【 0 0 6 0 】

【発明の効果】

本発明の加熱乾燥用塗料組成物は、上述の構成からなるので、優れた加熱乾燥性を発揮することができるため厚膜を形成する材料として好適であり、建材等の外装用材料や、振動を吸収するコーティング材等の様々な用途に好適に用いることができるものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 優れた加熱乾燥性を発揮することができるため、加熱乾燥時に塗膜表面にフクレが発生しにくく、建材等の外装用や制振材等を形成する際に厚膜を形成する材料として好適な、エマルジョンを含有する加熱乾燥用塗料組成物を提供する。

【解決手段】 ガラス転移温度が50℃以下のエマルジョンと、平均粒径が15 μ m以下の微粒子とを必須としてなる加熱乾燥用塗料組成物、好ましくは、上記微粒子は、示差走査熱量測定による融解温度が65℃以上である上記加熱乾燥用塗料組成物。

【選択図】 なし

認定・付加情報

| | |
|---------|--------------------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2 0 0 3 - 0 6 9 6 4 1 |
| 受付番号 | 5 0 3 0 0 4 2 0 7 6 4 |
| 書類名 | 特許願 |
| 担当官 | 第六担当上席 0 0 9 5 |
| 作成日 | 平成 1 5 年 3 月 1 7 日 |

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成15年 3月14日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 6 9 6 4 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 4 6 2 8]

1. 変更年月日 2 0 0 0 年 1 2 月 6 日

[変更理由] 住所変更

住 所 大阪府大阪市中央区高麗橋 4 丁目 1 番 1 号

氏 名 株式会社日本触媒